

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ, МОЛОДІ ТА СПОРТУ УКРАЇНИ
Національний університет кораблебудування
імені адмірала Макарова

С. І. ШКУРАТ, А. А. КАРПЕЧЕНКО

ЗБІРНИК ЛАБОРАТОРНИХ РОБІТ З ДИСЦИПЛІНИ

"Фізико-хімічні основи модифікації структури та легування поверхні"

Рекомендовано Методичною радою НУК

Електронне видання комбінованого
використання на DVD-ROM



МИКОЛАЇВ • НУК • 2012

УДК 620.22:621.792 (076.5)

ББК 30.3я73

Ш 66

Укладачі:

С. І. Шкурат, кандидат хімічних наук, доцент кафедри матеріалознавства і технології металів НУК;

А. А. Карпеченко, асистент кафедри матеріалознавства і технології металів НУК

Рецензент А. М. Костін, кандидат технічних наук, доцент кафедри зварювального виробництва НУК

Шкурат С. І.

Ш 66 Збірник лабораторних робіт з дисципліни "Фізико-хімічні основи модифікації структури та легування поверхні" : методичні вказівки / С. І. Шкурат, А. А. Карпеченко. – Миколаїв : Видавництво НУК, 2012. – 41 с.

Розглянуто загальні теоретичні відомості і рекомендації щодо виконання лабораторних робіт, які пов'язані з методами та фізико-хімічними основами модифікування поверхні й створення покриттів.

Призначено для студентів спеціальностей 8.090103 "Композиційні та порошкові матеріали, покриття", 1001 "Конструювання та виготовлення виробів із композиційних матеріалів".

УДК 620.22:621.792 (076.5)
ББК 30.3я73

**ШКУРАТ Сергій Іванович
КАРПЕЧЕНКО Антон Анатолійович**

ЗБІРНИК ЛАБОРАТОРНИХ РОБІТ З ДИСЦИПЛІНИ

"Фізико-хімічні основи модифікації структури та легування поверхні"

Комп'ютерне верстання *Н.В. Ялова*
Коректор *М.О. Паненко*

© Шкурат С. І., Карпеченко А. А., 2012
© Видавництво НУК, 2012

Формат 60×84/16. Ум. друк. арк. 2,4. Обсяг даних 2500 кб.

Тираж 14 прим. Вид. № 34. Зам. № 37.

Видавець і виготовник Національний університет кораблебудування,
54025, м. Миколаїв, просп. Героїв Сталінграда, 9
E-mail : publishing@nuos.edu.ua

Свідоцтво про внесення суб'єкта видавничої справи до Державного
реєстру видавців, виготовників і розповсюджувачів видавничої продукції
ДК № 2506 від 25.05.2006 р.

Лабораторна робота № 1.
**БУДОВА ТА РОБОТА ВАКУУМНОГО УНІВЕРСАЛЬНОГО
ПОСТУ ВУП-5М**

Мета роботи: ознайомлення з загальною будовою, принципом роботи та технологічними можливостями установки ВУП-5М; набуття практичних навичок щодо експлуатації установки.

1.1. Теоретичні відомості

1.1.1. Призначення

Вакуумний універсальний пост ВУП-5М призначений для обробки поверхні зразків та отримання плівок різноманітними методами вакуумних технологій (магнетронного, резистивного, іонно-плазмового, електронно-променевого, лазерного розпилення) для проведення наукових досліджень, а також для підготовки об'єктів що досліджуються методами електронної мікроскопії, або інших аналітичних досліджень.

Прилад може бути застосований для досліджень у фізиці, хімії, біології, медицині та інших галузях науки і техніки.

1.1.2. Технічна характеристика приладу ВУП-5М

Прилад призначений для експлуатації в стаціонарних лабораторних умовах при температурі навколишнього середовища від 15 до 25 °С і відносній вологості не більше 80 %. Наявність у приміщенні агресивних парів не припустима.

Живлення приладу здійснюється від трифазної мережі змінного струму напругою 220/380 В, частотою 50 Гц.

Маса приладу, кг, не більше 300.

Габаритні розміри, мм, не більше:

довжина – 540;

ширина – 910;

висота – 1550.

Споживана потужність без приставок, кВт, не більш 1,9.

Максимальна споживана потужність, кВт, не більше 5.

1.1.3. Основні параметри і характеристики

Залишковий тиск у робочому об'ємі при охолодженні пастки рідким азотом $1,3 \cdot 10^{-4}$ Па ($1,0 \cdot 10^{-6}$ мм рт. ст.).

Залишковий тиск у робочому об'ємі при охолодженні пастки водою $1,3 \cdot 10^{-3}$ Па ($1,0 \cdot 10^{-5}$ мм рт. ст.).

Струм напруження випарників 200 А.

Температура столика для нагріву об'єктів 1100 °С.

Температура столика для охолодження об'єктів мінус 160 °С.

Напруга на виході високовольтного випрямляча ($7 \pm 0,35$) кВ.

Максимальний струм тліючого розряду 50 мА.

Максимальна напруга на виході високовольтного випрямляча джерела живлення магнетрона не менше 0,9 кВ.

Максимальний струм магнетрона не менше 300 мА.

Температура в районі підкладки пристрою для осадження плівок не менше 300 °С.

Час нагрівання не більше 30 хв.

Час зміни підкладок не більше 7 с, швидкість обертання підкладок не менше $0,5 \text{ с}^{-1}$.

Заслінка пристрою зміни підкладок забезпечує перекриття потоку випарюваної речовини від випарника до підкладок.

Пристрій дискретного випаровування забезпечує подачу на випарник в процесі випаровування подрібненої речовини.

За допомогою пультів управління забезпечується вихід в робочий режим вакуумної системи з холодного стану і комутація вакуумної системи під час роботи.

1.1.4. Склад приладу ВУП-5М

У повний комплект приладу входить пост вакуумний універсальний ВУП-5М з пристроями і приставками:

1. Приставка для магнетронного розпилення.
2. Блок живлення магнетрона.
3. Пристрій для термічного випаровування з резистивних випарників.
4. Пристрій для випаровування вугілля.
5. Електронний випарник.

6. Пристрій для іонної обробки об'єктів і двостороннього полірування.
7. Пристрій для нагріву столика об'єктів.
8. Пристрій для повороту і нахилу об'єктів.
9. Пристрій для приварки катодів.
10. Система напуску повітря в РО.
11. Датчик індикатора товщини покриття, що напилюється.
12. Пристрій для осадження плівок.
13. Автоматична система напуску газу.
14. Комплект пристроїв для інтерференційного лазерного контролю товщини плівки.
15. Іонізатор з обмежуючим екраном.
16. Дозуючий пристрій.
17. Система захисних екранів.

1.1.5. Будова і робота приладу ВУП-5М

Прилад виконаний в одній стійці (рис. 1), в який розміщені: робочий об'єм РО 2, призначений для препарування об'єктів; вакуумна система, призначена для отримання необхідного розрідження в робочому об'ємі; блоки живлення пристроїв і приставок та пульти керування 3.

Стійка розділена перегородкою на дві частини, в одній з яких 1 розміщена вакуумна система з електромагнітними клапанами для її комутації, перетворювачі ПМТ-4М або МПТ-2, ПМИ-2 для контролю вакууму й автоматичного управління вакуумною системою, вентиль п'єзоелектричний і балон з аргоном. В іншій частині стійки 4 розміщені блоки живлення пристроїв і приставок та трансформатори напруги випарників.

Для зручності монтажу, профілактичних і ремонтних робіт передбачені знімні задні і бічні щитки, а попереду

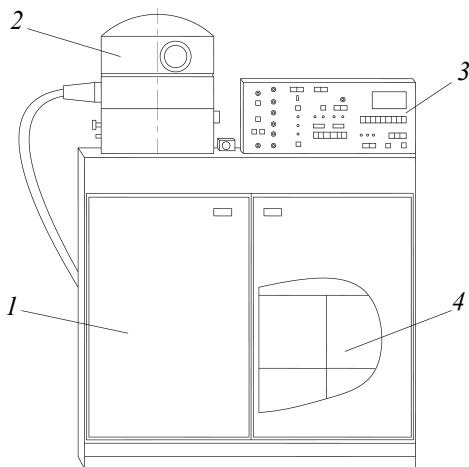


Рис. 1. Загальний вигляд пристрою ВУП-5М

відкриваються двері обох частин, а також легкознімні плати управління приладом, зібрані в єдиній касеті.

На стійці розміщені робочий об'єм (РО) 2 і пульти управління 3, касета з друкованими платами, РО з пристроями і приставками мають електричний зв'язок через джгути і кабелі, які прокладені в обох частинах стійки.

Операції з підготовки об'єктів проводяться в робочому об'ємі при залишковому тиску $1,3 \cdot 10^{-2} \dots 1,3 \cdot 10^{-4}$ Па. Для отримання такого тиску розроблена класична вакуумна система із застосуванням механічного насоса для отримання попереднього вакууму і промасленого високовакуумного насоса.

Вакуумна система може працювати в ручному й автоматичному режимах, тобто комутація вакуумної системи при відкачці високовакуумного об'єму до тиску $1,3 \cdot 10^{-4}$ Па може проводитися під керівництвом оператора або без його втручання.

Схема вакуумної комутації ВУП-5М наведена на рис. 2.

Для підготовки до дослідження застосовуються відповідні пристрої та приставки. Ці пристрої та приставки встановлюються в робочому об'ємі в залежності від вибору методики підготовки об'єктів. Кожен з пристроїв має закінчену конструкцію і легко замінюється іншим. Всі

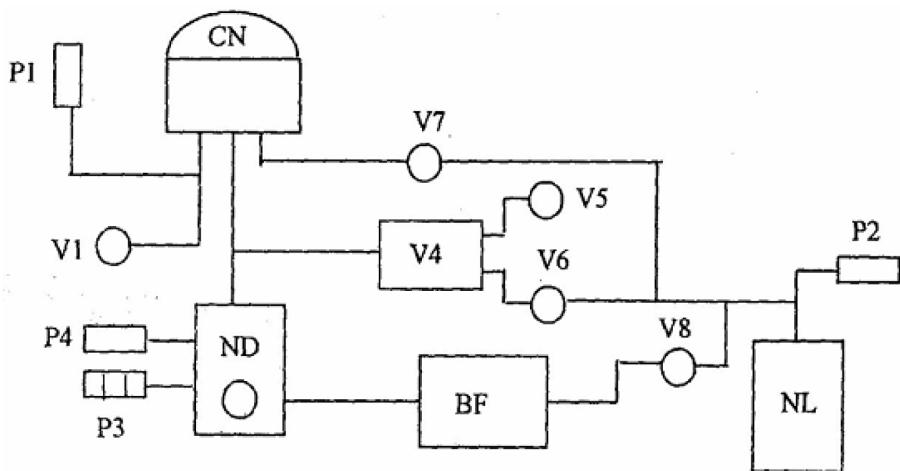


Рис. 2. Схема вакуумної комутації ВУП-5М:

CN – робочий об'єм; ND – насос дифузійний; NL – насос форвакуумний;
BF – балон форвакуумний; V1...V8 – клапани комутації вакуумної системи;
P1, P2, P4 – датчики термопарні PMT-2; P3 – датчик іонізаційний ПМИ-2

операції з підготовки об'єкта контролюються за допомогою індикаторних приладів та інших методів контролю.

Основними операціями з підготовки об'єктів можна назвати **магнетронне розпилення, термічне випаровування** речовин за допомогою резистивних та електронних випарників, а також іонну обробку об'єктів.

1.1.6. Робочий об'єм

У робочому об'ємі (РО) проводяться всі операції з підготовки об'єкта до дослідження. Робочий об'єм складається з основи і ковпака (рис. 3).

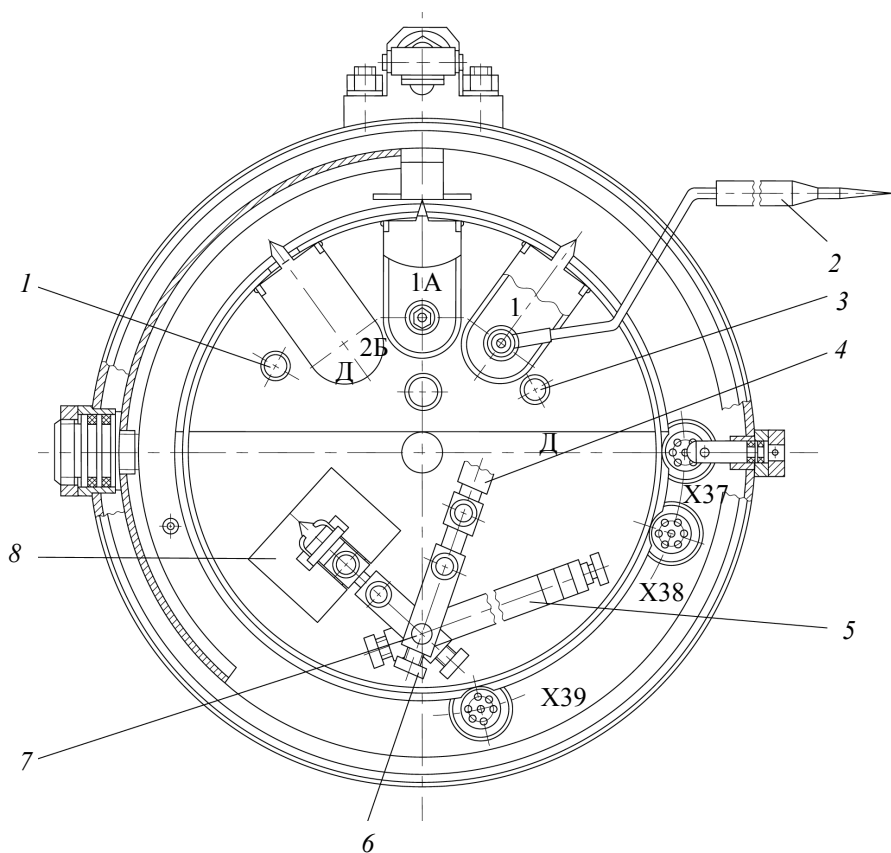


Рис. 3. Робочий об'єм:

- 1, 3 – гнізда для установки дозатора; 2 – олівець зварювального пристрою;
4 – датчик; 5 – утримувач; 6 – гвинт; 7 – стійка; 8 – панель для приварювання катодів

На основі розташовані роз'єми Х37, Х38, Х39 для приєднання живлення пристрою іонного травлення, пристроїв нагрівання об'єктів, пристрою осадження плівок і для з'єднання датчиків індикаторів товщини; високовольний вхід Х36 для живлення пристрою іонного травлення та електронного випарника; контакт "4" роз'єму Х38 для живлення столика повороту об'єктів при напиліні; контакт "1" для підключення випарників і контакти "2А" і "2Б" для живлення катодів електронних гармат, або як друге джерело живлення резистивних випарників.

Основа РО встановлена на стійці, що пов'язана з вакуумною системою з'єднувальним фланцем. В основі є також прохідні отвори для введення рухливих ручок керування пристроями і приставками, а також оптичний вхід.

1.2. Установки, прилади та матеріали

Для виконання лабораторної роботи використовується установка вакуумний універсальний пост ВУП-5М; додатковий вакуумметр типу ВІТ-3; універсальний мультиметр.

1.3. Порядок виконання роботи

1.3.1. Ознайомитися з будовою та принципом роботи установки ВУП-5М.

1.3.2. Ознайомитися з процесом створення вакууму у робочому об'ємі.

1.3.3. Підготувати установку ВУП-5М до роботи:

- 1) ввімкнути загальний рубильник живлення 380 В;
- 2) подати воду до системи охолодження дифузійного насосу;
- 3) натиснути кнопку "СЕТЬ" на пульті керування;
- 4) натиснути кнопку "НФ" (насос форвакуумний), при цьому він повинен увімкнутися і запрацювати;
- 5) після досягнення вакууму $1,5 \cdot 10^{-1}$ мм рт. ст. на форвакуумному насосі (за показником вакууму по датчику "Д2") натиснути кнопку "ВФ" для попереднього відкачування буферного балона і дифузійного насоса;
- 6) після досягнення вакууму $1,5 \cdot 10^{-1}$ мм рт. ст у буферному балоні (за показником вакууму по датчику "Д4") ввімкнути дифузійний насос, натиснувши кнопку "НД" на пульті керування.

7) після прогріву дифузійного насоса (не менше 45 хвилин) прилад готовий до подальшої роботи.

1.3.4. Відкачати робочий об'єм на високий вакуум. Для цього слід виконати наступне:

- 1) натиснути кнопку "ПВ" для попереднього відкачування РО;
- 2) після досягнення вакууму $5 \cdot 10^{-2}$ мм рт. ст у робочому об'ємі (за показником вакууму по датчику "Д1") натиснути кнопку "ВФ", а потім, після спрацювання клапанів, натиснути кнопку "ВВ".

1.3.5. За допомогою вакуумметра виміряти вакуум у робочому об'ємі.

1.3.6. Виключити прилад ВУП-5М:

- 1) закрити ковпак на робочому об'ємі;
- 2) відкачати робочий об'єм на високий вакуум;
- 3) натиснути кнопку "СТОП" на пульті керування;
- 4) дочекатися охолодження дифузійного насосу (загориться індикатор "СТОП");
- 5) відключити форнасос, віджавши кнопку "НФ";
- 6) віджати кнопку "СЕТЬ";
- 7) відключити рубильник 380 В;
- 8) перекрити подачу води на охолодження дифузійного насосу.

Зауваження. Практична робота на установці ВУП-5М та окремих пристроях, вмикання і вимикання проводиться в повній відповідності до технічного опису й інструкції по експлуатації та виконанням правил техніки безпеки при обов'язковій присутності оператора.

1.4. Порядок оформлення звіту

1. Коротко описати будову, технічні можливості та призначення установки ВУП-5М.
2. Описати процес виходу на стан роботи (порядок включення і виключення приладу).
3. Описати основні контрольні прилади та органи керування.

1.5. Контрольні питання

1. Дайте характеристику приладу ВУП-5М.
2. Наведіть основні технічні характеристики приладу ВУП-5М.
3. Проаналізуйте процес створення вакууму в робочому об'ємі.
4. Проаналізуйте основні методи розпилення, які реалізовані в приладі ВУП-5М.

Лабораторна робота №2.

ІОННО-ПЛАЗМОВА ОБРОБКА ПОВЕРХНІ

Мета роботи: ознайомлення з методами іонно-плазмової обробки поверхні на установці ВУП-5М; набуття практичних навичок щодо експлуатації установки.

2.1. Теоретичні відомості

2.1.1. Іонне розпилення

Розпилення – це процес виходу з поверхні твердого тіла нейтральних атомів, позитивних або негативних іонів, багатоатомних утворень під дією швидких заряджених частинок (іонів).

При фізичному розпиленні атоми вибиваються з поверхні в результаті передавання імпульсу від частинок, що бомбардують, атомам мішені.

Головним параметром, який характеризує процес розпилення, є коефіцієнт розпилення S – кількість атомів, вибитих одним падаючим іоном.

Згідно теорії Зигмунда, залежність для коефіцієнта розпилення для аморфної або полікристалічної мішені при нормальному падінні іонів розраховується за рівнянням Больцмана в теорії переносу:

$$S = 4,2 \cdot 10^{14} \cdot \alpha \cdot \frac{S_n(E_1)}{(E_b)},$$

де $S_n(E_1)$ – перетин ядерного гальмування, $\text{eV} \cdot \text{см}^2/\text{атом}$; E_b – поверхнева енергія зв'язку [eV], для Si: $E_b = 7,8 \text{ eV}$; α – множник, який залежить від співвідношення мас M_2/M_1 і приймає значення $\alpha = 0,2 \dots 1,6$.

Залежність $S = S(E_1)$ для Al при бомбардуванні різними іонами показана на рис. 4.

При зміні кута між нормаллю до поверхні і напрямком іонного пучка коефіцієнт розпилення змінюється, як показано на рис. 5.

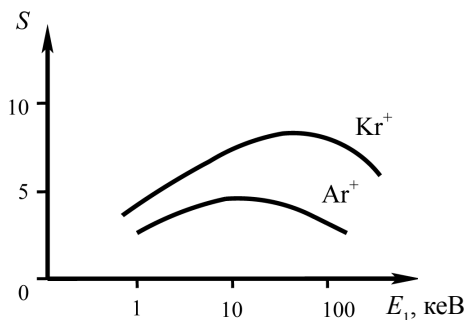


Рис. 4. Залежність коефіцієнта розпилення алюмінію від енергії різних іонів

Така залежність пояснюється зміною середньої енергії, яка розсіюється в поверхневому шарі.

Сутність **іонного травлення** полягає у видаленні поверхневих шарів матеріалу при його бомбардуванні струменем іонів інертних газів високої енергії. При цьому прискорені іони при зіткненні з поверхнею пластин або підкладок передають їх атомам свою енергію та імпульс.

Іонне травлення – процес видалення забруднень разом з розпиленням у вакуумі поверхневим шаром матеріалу поверхні при її бомбардуванні прискореними іонами інертного газу.

Якщо під час зіткнення енергія, що передається атому, перевищує енергію хімічного зв'язку атомів, а імпульс, який надається атому, спрямований назовні від поверхні, то відбувається зсув атомів, їх відрив від поверхні – розпилення. Для здійснення цього процесу необхідні певні вакуумні умови, а іони повинні мати певні значення енергії, які достатні для розпилення матеріалів.

Основною перевагою іонно-плазмових технологій є можливість досягнення високого рівня фізико-механічних властивостей поверхні, при цьому ці технології легко сумісні з різноманітними методами створення покриттів шляхом розпилення у вакуумі і дозволяють забезпечити:

- високу адгезію покриття до підкладки;
- рівномірність покриття за товщиною на великих площинах;
- зміну складу покриття в широкому діапазоні у межах одного технологічного циклу;
- високу чистоту поверхні;
- екологічну чистоту виробничого циклу.

Іонно-плазмове очищення полягає в спрямуванні на поверхню іонного струменя, під впливом якого з неї відділяються забруднення. Найчастіше для цього як плазмоутворюючий газ використовують аргон. При травленні поверхні збільшують інтенсивність іонного струменя і час

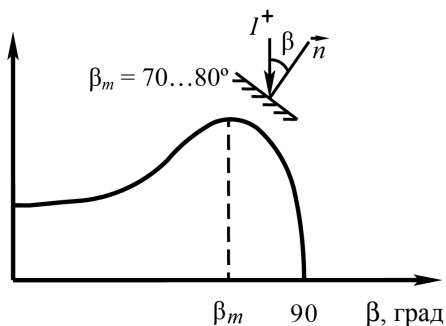


Рис. 5. Залежність коефіцієнта розпилення S від кута падіння іонів β

технологічного впливу на поверхню заготовки, при цьому досягають розпилення поверхневого шару певної товщини.

Іонне полірування відбувається при спрямуванні іонного струменя під гострим кутом до поверхні при певних режимах. При усіх перелічених видах обробки відбувається розпилення поверхні заготовки внаслідок бомбардування іонами.

2.1.2. Основні схеми іонно-плазмового розпилення

2.1.2.1. Діодна схема розпилення. Діодна схема розпилення є найпростішою. Установка для розпилення складається з двох плоских електродів, розташованих паралельно один одному на відстані 5...15 см. Катод виготовляють з матеріалу, який треба розпилювати. Він електрично ізольований і приєднаний до негативного полюса високовольтного спрямляча напруги (рис. 6).

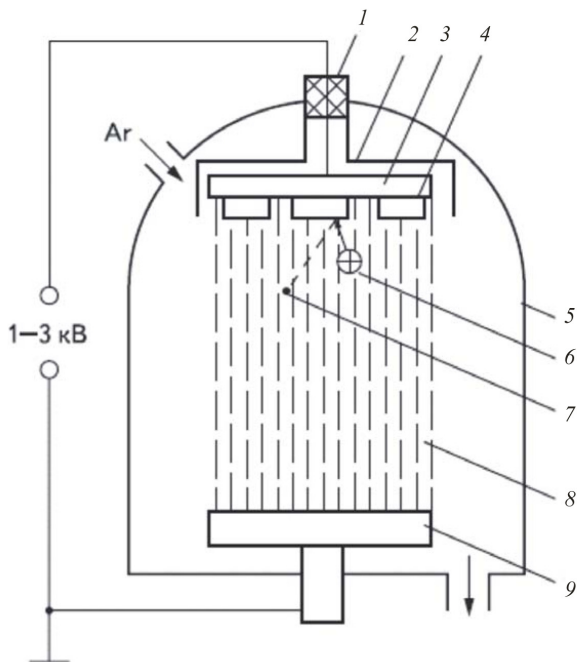


Рис. 6. Схема процесу розпилення в діодній вакуумній камері:

1 – ізолятор; 2 – екран; 3 – катод; 4 – пластины; 5 – вакуумна камера; 6 – іон аргону, що бомбардує; 7 – частинка розпиленої пластини; 8 – плазма тліючого розряду; 9 – анод

Анод, він же і підкладкоутримувач, зазвичай знаходиться під потенціалом землі. Камера попередньо відкачується до 10^{-3} Па і на катод подається потенціал $1 \dots 3$ кВ. При певному напруженні, яке залежить від геометрії електродів, відстані між ними, тиску газу, відбувається пробій і збуджується тліючий розряд постійного струму. Позитивні іони, які прискорені в прикатодній області, бомбардують і розпилюють поверхню катоду. Потік розпилених атомів осаджується на підкладці у вигляді тонкої плівки.

Основні переваги діодного розпилення:

- простота конструкції;
- можливість впровадження у будь-яку вакуумну схему;
- можливість одержання покриттів з тугоплавких металів, сплавів та хімічних сполук.

Недоліки:

- потребує тільки електропровідну мішень;
- низька потужність і щільність іонного струменя;
- незначна швидкість осадження ($0,01$ мкм/хв);
- забруднення плівок залишковими газами внаслідок підвищеного тиску у робочий камері.

2.1.2.2. Магнетронне розпилення. Схема магнетронного розпилювача наведена на рис. 7.

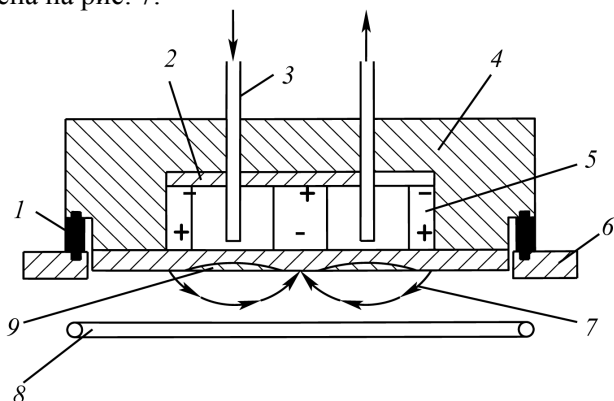


Рис. 7. Схема магнетронної системи іонного розпилення з плоским катодом:

1 – ізолятор; 2 – магнітопровід; 3 – система водоохолодження; 4 – корпус катодного вузла; 5 – постійний магніт; 6 – стінка вакуумної камери; 7 – силові лінії магнітного поля; 8 – кільцевий анод, що охолоджується водою; 9 – зона ерозії катода, що розпилюється

Основними елементами є плоский катод, виготовлений з матеріалу, що розпилюється, анод, установлений по периметру катода, магнітна система, звичайно на основі постійних магнітів, і система охолодження водою. Силкові лінії магнітного поля, замкнені між полюсами, перетинаються з лініями електричного поля. Принцип дії установки полягає у гальмуванні електронів у схрещених електричних і магнітних полях.

Відомо, що на заряд, який рухається в електромагнітному полі, діє сила Лоренца, напрям якої, за правилом складання сил, залежить від напрямку її складових. При цьому частина сили Лоренца, зумовлена дією магнітного поля, не здійснює роботи, а лише викривлює траєкторію руху частинки, примушує її рухатися по колу і в площині, перпендикулярній E та B .

Таким чином, у магнетронних пристроях при одночасній дії електричних і магнітних полів змінюється траєкторія руху електрона. Електрони, які емітовані катодом і виникли внаслідок іонізації, під дією замкнутого магнітного поля локалізуються безпосередньо над поверхнею матеріалу, який розпилюється. Вони ніби потрапляють у пастку, яка створена, з одного боку, дією магнітного поля, яке змушує рухатися електрони по циклоїдальній траєкторії поблизу поверхні, з іншого боку – відштовхуванням електричним полем катода в напрямку до анода. Імовірність і кількість зіткнень електронів з молекулами аргону (плазмотворюючого газу) та їх іонізація різко збільшується. Від неоднорідності дії електричних та магнітних полів зони поблизу катода інтенсивність іонізації в різних ланках різна. Максимальне значення інтенсивності іонізації спостерігається в області, де лінії індукції магнітного поля перпендикулярні вектору напруженості електричного поля, мінімальне – де їхній напрямок збігається.

Локалізація плазми у прикатодному просторі дозволила отримати значно більшу щільність іонного струму при меншому робочому тиску, і, відповідно, забезпечити високі швидкості розпилення.

Магнетронні пристрої належать до низьковольтних систем іонного розпилення. Напруга джерела живлення постійного струму не перебільшує 1000...1500 В. При поданні від'ємного потенціалу на катод, між електродами збуджується аномальний тліючий розряд у середовищі аргону. Наявність магнітної пастки забезпечує при однаковому значенні тиску газу виникнення розряду при більш низьких напругах у порівнянні з діодною системою розпилення. Напруга розряду у випадку магнетронного розпилення становить 300...700 В.

Магнетрон може працювати в діапазонах тиску робочого газу від 10^{-2} до 1 Па і вище. Тиск газу та індукція магнітного поля значною мірою впливають на характеристики магнетронного розряду. Зменшення тиску зумовлює підвищення робочої напруги. В той самий час для кожної окремої магнетронної системи існує деякий інтервал значень тиску, звичайно $10^{-1} \dots 1$ Па, в якому коливання тиску суттєво не впливають на параметри розряду. Вплив напруженості магнітного поля на характеристики магнетронного розряду такий самий, як і вплив тиску газового середовища. За цим низький робочий тиск у магнетроні забезпечує підвищення індукції магнітного поля, яка біля поверхні катода становить 0,03...0,1 Тл. Підвищення питомої потужності сприяє стабілізації розряду при низькому тиску.

Переваги методу магнетронного розпилення:

- висока швидкість розпилення при низьких робочих напругах 600...800 В і при невеликому тиску робочого газу ($5 \cdot 10^{-1} \dots 10$ Па);
- відсутність перегріву підкладки;
- висока продуктивність процесу розпилення;
- відсутність обмежень за температурою плавлення матеріалу мішені;
- мала ступінь забруднення покриттів;
- можливість отримання рівномірних за товщиною покриттів на більшій площі підкладок;
- не потребує електропровідної мішені.

2.1.3. Пристрої для іонно-плазмової обробки на установці ВУП-5М

2.1.3.1. Пристрій для іонної обробки об'єктів і двостороннього полірування (пристрій для іонного травлення). Пристрій для іонного травлення (рис. 8) встановлюється на основу РО замість заглушки (див. рис. 3, поз. 9). При цьому кінець приводного шарніра необхідно повернути у валик, застопоривши його наявним на валику регулювальним гвинтом. Пристрій призначений для обробки поверхні об'єктів іонним бомбардуванням, розпилення матеріалів, травлення поверхневих шарів з метою отримання тонких об'єктів для безпосереднього вивчення на просвіт в електронному мікроскопі та ін.

Розрядна камера складається зі скляного ковпака 3, штуцера 7 і століків 6 та 8. У скляному ковпаку є анод 2, на який подається висока напруга через дріт 1, а також додатково встановлені камери для двостороннього полірування об'єктів, на які висока напруга подається в разі

необхідності через додатковий дріт. На рис. 8 показані камери з анодами 5 і діафрагмами 4. Діафрагми 4 мають центральні отвори, через які витягується утворена плазма і потрапляє на столик з об'єктом 8.

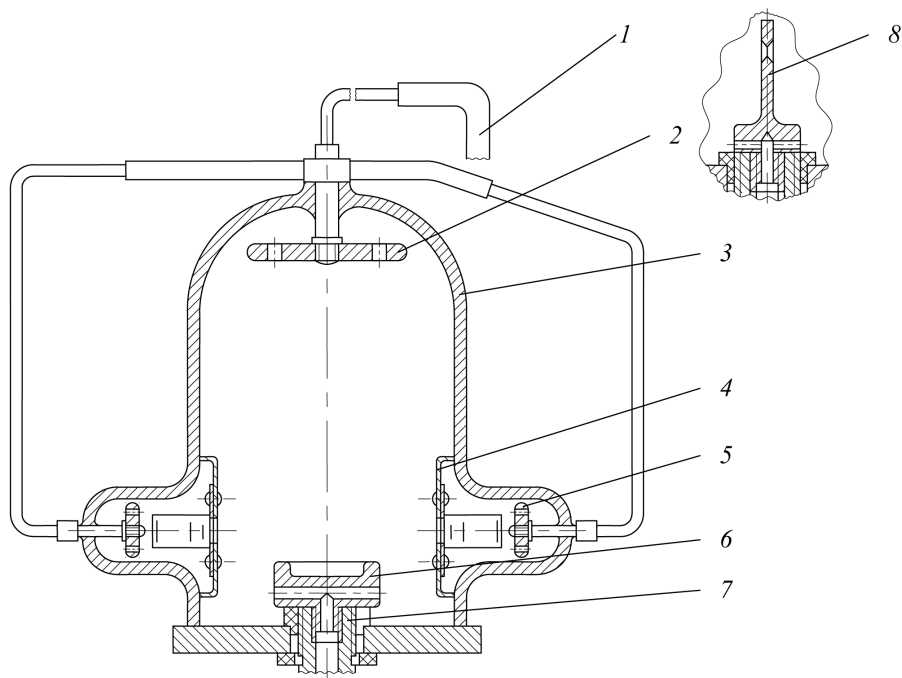


Рис. 8. Пристрій для іонного травлення:

1 – дріт високої напруги; 2, 5 – аноди; 3 – ковпак; 4 – діафрагма; 6 – столик;
7 – штуцер; 8 – додатковий столик для двостороннього полірування

Розрядна камера відокремлюється від робочого об'єму за допомогою спеціального клапана, який відкривається і закривається за допомогою шарніра. Температура столиків може регулюватися за допомогою передбаченого нагрівача. Крізь систему трубок і каналів газ подається в розрядну камеру. Для інертного газу передбачений спеціальний балон, з'єднаний з п'єзоелектричним вентилем.

Для подачі інертного газу в розрядну камеру передбачена система напуску, що складається з п'єзоелектричного вентиля і джерела живлення.

Порядок роботи з пристроєм іонної обробки

Для роботи з пристроєм іонної обробки об'єкта необхідно встановити пристрій на основу РО, підключити аноди 2 та 5 пристрою (див. рис. 8), а загальний дріт 1 – на роз'єм Х36. Вставку джгута пристрою з гравіюванням Х39 з'єднати з колодкою Х39.

Трубку для підводу аргону одягнути на штуцер, який знаходиться на основі РО.

Закрити ковпак РО і відкачати розрядний пристрій з відкритим клапаном. Закрити клапан, обертаючи шарнір за допомогою рукоятки валика з правої сторони РО.

Вимкнути високовольтне джерело струму, для чого натиснути кнопки "ВКЛ" та "ІТр" (іонне травлення). Регулятором "МОЩНОСТЬ" встановити напругу 1...2 кВ. Напустити в сильфон інертний газ (аргон). Закрити вентиль балона з газом.

Натиснути кнопку ВКЛ (ТРАВЛЕНИЕ) і ручкою ТОК ІТр, при наявності газу в сильфоні (сильфон розтягнутий) проводити регулювання подачі газу до моменту запалювання розряду. Після цього, регулюючи величину напруги і кількість газу, встановити потрібний режим травлення. Величину напруги контролювати по індикаторному приладу НАПРЯЖЕНИЕ, величину розрядного струму – по індикаторному приладу ТОК. Відключення пристрою робити в зворотному порядку. Ручки регуляторів МОЩНОСТЬ 1 і ТОК ІТр поставити в крайнє ліве положення, відключити високу напругу (для цього необхідно віджати кнопку ВКЛ випарників). Віджати кнопки ІТр випарників і ВКЛ (ТРАВЛЕНИЕ).

Обробка об'єктів може проводитися при температурі столика об'єктів від 25 ± 5 °С до -160 °С. Регулюється температура за допомогою передбаченого нагрівача.

Контроль температури проводити за допомогою індикатора температури, який складається з термоелектричного перетворювача (мідь-константан), підсилювача і цифрового індикатора.

Для контролю температури необхідно натиснути кнопки "1" (РЕЖИМ) і "Т °С" групи ИНДИКАЦИЯ.

Для регулювання температури натиснути кнопку нагрів (зони ПОДЛОЖКИ) і відповідною ручкою встановити потрібний температурний режим.

УВАГА! 1. Збільшувати струм, що проходить через спіраль нагрівача, необхідно поступово протягом не менше 5 хв, оскільки різке збільшен-

ня струму може призвести до перегорання спіралі за рахунок газовиділення при нагріванні.

2. Роботу приставки проводити в ручному режимі.

2.1.3.2. Пристрій для магнетронного розпилення. Пристрій призначений для нанесення багатошарових покриттів методом магнетронного розпилення. Пристрій складається з трьох випарників, які охолоджуються водою, з плоскими мішенями та індивідуальними заслінками. Випарники розташовані на боковій стороні корпусу під кутом 120° і електрично з'єднані з корпусом пристрою. На бокових поворотних стійках розташовані індивідуальні заслінки випарників з ручками керування на стінці корпусу.

Магнетронний випарник (рис. 9) являє собою планарний магнетрон, який складається з катодного вузла, що охолоджується водою, та

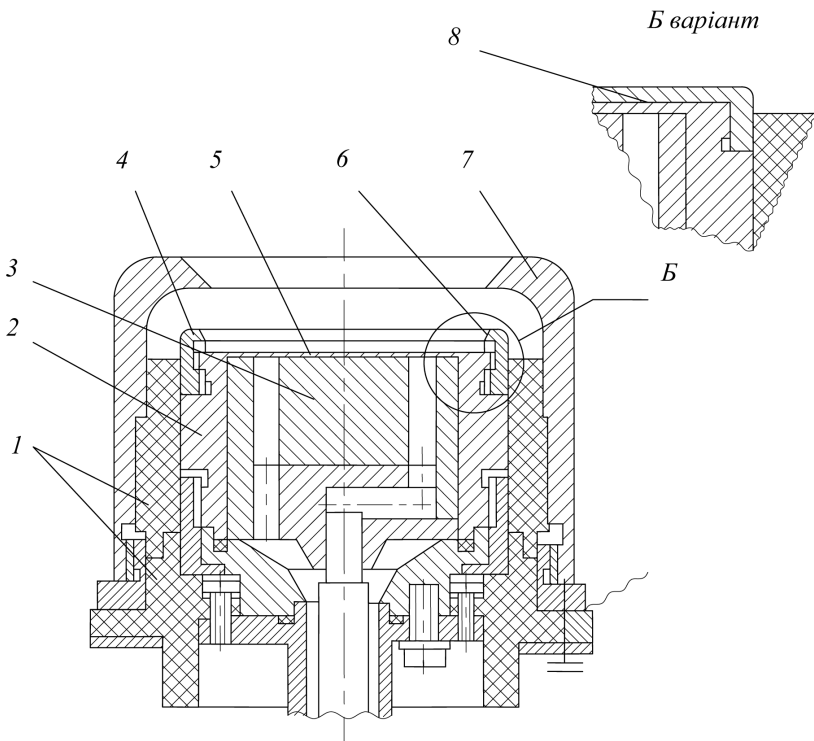


Рис. 9. Конструкція магнетронного випарника:
1 – ізолятори; 2 – катод; 3 – магніт; 4 – прокладка; 5 – гайка;
6, 8 – гайка для кріплення мішені; 7 – анод

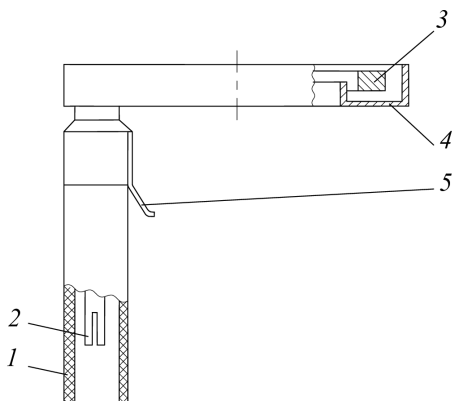
анода. Ззовні до випарника підводиться напруга живлення й охолоджу-
вальна вода.

Порядок роботи з пристроєм магнетронного розпилення

1. Відкачати робочий об'єм при відкритому шибері до досягнення високого вакууму (загорить індикатор "ВВ").
2. Ввімкнути джерело живлення магнетрона, натиснувши кнопки "ИТр" і "ВКЛ" зони "ИСПАРИТЕЛИ".
3. Ручкою "МОЩНОСТЬ 1" встановити напругу близько 500 В за індикатором напруги.
4. Натиснути кнопку "ТРАВЛЕНИЕ ВКЛ" і ручкою "ТОК ИТр" плавно здійснити напуск газу у робочий об'єм до запалювання розряду.
5. Регулюючи потужність джерела і напуск газу, досягнути необхідного режиму розпилення. Контроль напруги і струму вести по вбудованих індикаторах.
6. Для нагрівання підкладки натиснути кнопку "5", кнопку "НАГР", "Т°С", ручкою "НАГРЕВ" встановити необхідний температурний режим. Значення температури контролювати по цифровому приладу.
7. Відключення приладу виконувати у зворотній послідовності.

2.1.3.2. Пристрій для іонного очищення та активації поверхні підкладок (іонізатор). Іонізатор призначений для обробки поверхні підкладок у плазмі тліючого розряду з метою їх очищення та активації. Він складається (рис. 10) з кільцевого аноду 3, який обмежений екраном 4. Іонізатор встановлюється в гніздо Х36 на основі робочого об'єму.

Рис. 10. Іонізатор:
1 – ізолятор; 2 – високовольтний
ввід; 3 – анод; 4 – екран; 5 – кон-
тактна пружина



2.2. Установки, прилади та матеріали

Для виконання лабораторної роботи № 2 використовуються установка вакуумний універсальний пост ВУП-5М; пристрій для іонного травлення; пристрій для магнетронного розпилювання; рідкий азот; газ аргон у спеціальному балоні.

2.3. Порядок виконання роботи

До виконання лабораторної роботи № 2 допускаються тільки особи, які виконали роботу № 1.

1. Розглянути теоретичні відомості про основні методи іонно-плазмової обробки.
2. Ознайомитися з будовою та принципом роботи пристроїв для іонного травлення і магнетронного розпилення.
3. Підготувати установку ВУП-5М до роботи, як описано в п.1.3.
4. Підготувати до роботи обраний пристрій.
5. Здійснити іонно-плазмову обробку наданого зразка.

Зауваження. Практична робота на установці ВУП-5М та окремих пристроях, вмикання і вимикання проводяться в повній відповідності до технічного опису й інструкції по експлуатації та виконанням правил техніки безпеки при обов'язковій присутності оператора.

2.4. Порядок оформлення звіту

1. Коротко описати будову, технічні можливості та призначення пристроїв для іонної обробки на установці ВУП-5М.
2. Описати процес виходу пристроїв на стан роботи (порядок включення і виключення пристрою).
3. Описати основні контрольні прилади та органи керування, які використовуються під час роботи з відповідними пристроями.

2.5. Контрольні питання

1. Проаналізуйте основні методи іонно-плазмової обробки.
2. Які основні процеси відбуваються при іонно-плазмовій обробці?
3. Назвіть основні переваги та недоліки іонно-плазмової обробки за діодною схемою.
4. Дайте характеристику методу магнетронного розпилювання.
5. Опишіть принцип роботи магнетрона.

МЕТОДИ ТЕРМІЧНОГО РОЗПИЛЕННЯ

Мета роботи: ознайомлення з технологічними можливостями одержання тонких плівок методом вакуумного термічного розпилення; дослідження впливу режимів процесу вакуумного термічного розпилення на основні параметри покриттів, які при цьому створюються; набуття практичних навичок щодо експлуатації установки ВУП-5М.

3.1. Теоретичні відомості

Метод термічного розпилення у вакуумі полягає в нагріванні наданих матеріалів за допомогою якого-небудь джерела енергії (резистивний нагрів, електронний промінь, електричний розряд та ін.) до температури випаровування, випаровування і подальшої конденсації пари на заданій поверхні твердого тіла у вигляді тонкої плівки або покриття.

У результаті випаровування або сублімації речовина переходить у парову фазу. Пара, яка знаходиться у термодинамічній рівновазі з рідиною або твердим тілом, називається насиченою. Випаровування зумовлене тим, що кінетична енергія молекул або атомів у поверхневому шарі твердого тіла або рідини дещо перевищує їх середню енергію в об'ємі при даній температурі, внаслідок чого вони відриваються від поверхні і розповсюджуються у вільному просторі. Енергія атомів, здатних покинути поверхню у першому наближенні, визначається температурою і складає 0,1...0,3 еВ.

Рухомою силою переносу частинок між випарником і підкладкою є різниця тисків насичених парів над поверхнею випаровування та поблизу поверхні конденсації. З підвищенням температури нагріву випарника випаровування стає більш інтенсивним. Залежність тиску насичених парів від температури однокомпонентної системи описується рівнянням Клайперона–Клаузіса:

$$\frac{dP}{dT} = \frac{\Delta H_{\text{вип}}}{T(V_{\text{п}} - V_{\text{р}})}, \quad (3.1)$$

де dP – зміна рівноважного тиску пари внаслідок зміни температури dT ; $\Delta H_{\text{вип}}$ – теплота випаровування речовини; $V_{\text{п}}$, $V_{\text{р}}$ – мольні об'єми відповідно пари і рідини.

Припускаючи, що $V_{\text{п}} \gg V_{\text{р}}$ і що пара наближена до ідеального газу, тобто $V_{\text{п}}P = RT$, рівняння (3.1) після зрозумілих перетворень набуває вигляду:

$$\lg P = -\Delta H_{\text{вип}} / RT + \text{const}, \quad (3.2)$$

де R – універсальна газова константа.

Рівняння (3.2) справедливе у вузькому інтервалі температур, оскільки не враховує залежності теплоти випаровування від температури. З урахуванням зміни теплофізичних характеристик речовини, рівняння для більш точного розрахунку значень тиску у широкому інтервалі температур має наступний вигляд:

$$\lg P = A/T + B \lg T + CT + D, \quad (3.3)$$

де A, B, C, D – відповідні константи, які можна знайти у довіднику.

При одній і тій самій температурі різні речовини характеризуються різними значеннями тиску насиченої пари, що значною мірою ускладнює отримання складних покриттів шляхом випаровування багатокомпонентних сплавів.

Для одержання складних покриттів розроблені деякі технологічні прийоми, які забезпечують одержання покриттів певного стехіометричного складу – зміна складу вихідного сплаву з метою компенсації різниці в пружності парів, вибухове випаровування, одночасне випаровування з кількох випарників.

Пружність пари практично не залежить від тиску оточуючого газу, він визначає швидкість дифузії пари з пограничного шару над випарником і, відповідно, швидкість випаровування. При малих значеннях тиску в камері ($P \leq 10^{-2}$ Па), коли середня довжина пробігу молекул перевищує її розміри, впливом залишкового газу можна знехтувати і тоді, відповідно до кінетичної теорії газів і рівняння Герца–Кнудсена, швидкість випаровування за масою буде визначатися за допомогою рівняння Ленгмюра:

$$W = 7,78(M/T)^{1/2} P, \quad (3.4)$$

де W – швидкість випаровування, $\text{г} \cdot \text{см}^{-2} \text{с}^{-1}$; M – молярна маса речовини, г/моль ; T – температура випаровування, К ; P – тиск насиченої пари, Па .

Тиск залишкових газів у робочому просторі значною мірою впливає на характер розподілу потоку атомів. Зіткнення з молекулами газу змінює початкову енергію і траєкторію руху атомів, що випаровуються. При

молекулярній течії газу, коли зіткнення між самими молекулами і атомами виключаються, розподіл атомів, що випарувалися, описується законами Ламберта–Кнудсена.

Згідно з першим законом, інтенсивність потоку пари в напрямку φ , кута між нормаллю до поверхні випаровування і напрямком поширення атомів, пропорційна косинусу цього кута. Переважно випаровування відбувається у напрямках, близьких до нормалі до поверхні, що випаровується, тобто там, де $\cos\varphi$ має найбільше значення. Нерівномірність розподілу потоку пари зумовлює, в свою чергу, нерівномірність покриття за товщиною.

Кількість осадженої речовини зворотно пропорційна квадрату відстані від випарника до поверхні напilenня (другий закон).

Наведені закономірності формування покриттів для точкових випарників можуть бути використані для оцінювання зон осадження покриттів, рівномірних за товщиною. При цьому реальні випарники розглядають як набір точкових. Розширення зон осадження рівномірного за товщиною покриття на практиці досягається збільшенням відстані "випарник-підкладка", застосуванням випарників з більшою поверхнею і застосуванням спеціальної оснастки, що дозволяє обертати підкладку у процесі напilenня.

3.1.1. Основні методи термічного вакуумного розпилення

Залежно від температури випаровування матеріал нагрівають резистивним способом, під впливом високочастотного електромагнітного поля, бомбардуванням прискореними електронами, променем лазера та за допомогою електричного розряду.

Метод резистивного розпилення. Нагрів резистивним способом (метод електроопору) забезпечується за рахунок тепла, яке виділяється при пропусканні електричного струму безпосередньо крізь матеріал, що розпилюється, або крізь випарник, у якому він розташований. Конструктивно резистивні випарники поділяються на виготовлені з дроту (рис. 11), стрічкові (рис. 12) і тигельні. Перші виготовляють з дроту тугоплавких металів (вольфрам, молибден, ніобій) діаметром 0,5...1,5 мм шляхом надання певної форми для утримання розплаву матеріалу, що розпилюється. Для виготовлення стрічкових випарників використовують тонкі пластини з тугоплавких металів товщиною 0,1...0,5 мм, в яких створюють спеціальні заглиблення для розташування матеріалів.

При розпиленні більшої кількості матеріалів використовують тигельні випарники. Тиглі виготовляють з тугоплавких металів, кераміки та графіту. Матеріали випарників повинні задовольняти наступні вимоги:

- тиск пари матеріалу випарника при температурі розпилення повинен бути набагато меншим у порівнянні з пружністю пари речовини, що розпильовується;

- матеріал випарника повинен добре змочуватися розплавом речовини, що розпильовується, з метою забезпечення хорошого теплового контакту і рівномірного потоку пари;

- матеріал випарника повинен бути хімічно інертним по відношенню до речовини, що розпильовується.

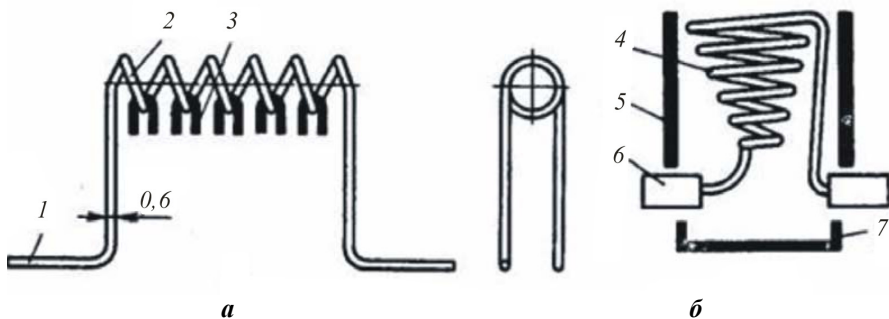


Рис. 11. Конструкція випарників з дроту:
 а – циліндричного типу; б – конічного типу;
 1, 4 – місце підключення контакту; 2, 6 – вольфрамовий дріт;
 3 – матеріал, що розпильовується; 5, 7 – захисні екрани

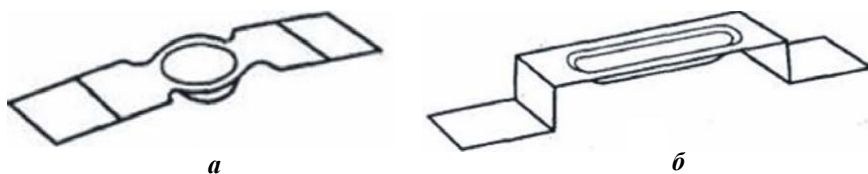


Рис. 12. Стрічкові випарники:
 а – із заглибленням у вигляді півсфери; б – із заглибленням типу човен

Метод електронно-променевого розпилення. Принципова схема електронно-променевого розпилення у вакуумі наведена на рис. 13.

Прискорений пучок електронів за допомогою відхиляючої системи безпосередньо спрямовується на поверхню мішені, що розпильовується.

При зіткненні з частинками навколишнього середовища електрони можуть втрачати свою енергію і змінювати напрям руху. Кількість зіткнень визначається концентрацією частинок, довжиною електронного потоку та його перетином. Для виключення газовиділень у процесі нагріву необхідно використовувати вихідні матеріали високої чистоти.

Електронна гармата – пристрій для створення, прискорення і фокусування пучка електронів – складається з катодного вузла і системи фокусування, яка забезпечує спрямованість струменя електронів (рис. 14). Система фокусування складається біля катодного електрода, анода і системи магнітного фокусування.

Особливості методу електронно-променевого розпилення

Метод здійснюється при значенні залишкового тиску в робочій камері не менше $10^{-2} \dots 10^{-3}$ Па.

Ступінь об'ємного заряду в електронному пучку оцінюється за значенням коефіцієнта просторового заряду (P), який визначається з рівняння

$$P = I / U^{3/2}. \quad (3.5)$$

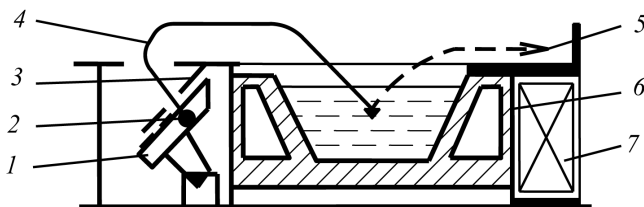


Рис. 14. Схема плоско-променевої електронної гармати:

1 – катодний вузол; 2 – термоелектронний катод; 3 – анод; 4 – прискорений пучок електронів; 5 – пристрій магнітного повороту електронів; 6 – мідний тигель, що охолоджується водою; 7 – пастка для відбитих електронів

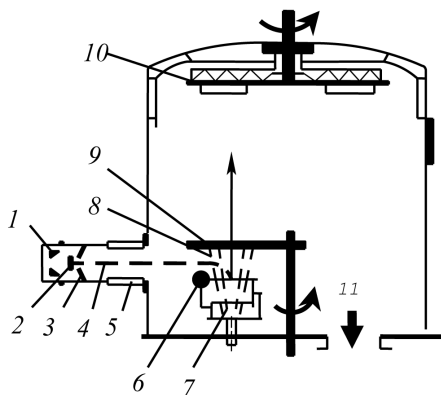


Рис. 13. Принципова схема електронно-променевого нагріву при вакуумному розпиленні:

1 – формуючий електрод; 2 – термоелектронний катод; 3 – анод; 4 – потік електронів; 5 – система магнітного фокусування; 6 – вузол електромагнітного пучка (поворот на 90°); 7 – тигель, охолоджується водою; 8 – потік пари; 9 – заслінка; 10 – підкладкотримач; 11 – вакуумна система

Якщо $P \leq 10^{-8} I/U^{3/2}$, то вплив просторового заряду не враховують. Це типово для гармат зі струмом порядку 10^{-3} А. Для потужних генераторів електронів, зі струмом до 4 А та напругою прискорення 10...30 кеВ, формування пучка в значній мірі визначається величиною об'ємного просторового заряду.

В електронно-променевих випарниках електрони прискорюються в електричному полі до енергій 5...50 кеВ, і тому при гальмуванні на мішені виникає м'яке гальмівне і характеристичне рентгенівське випромінювання.

Аналіз витрат енергії електронів показує, що при питомій потужності $10^3 \dots 10^5$ Вт/см² 30...35 % витрачається на плавлення і 2...10 % на випаровування. Інша частка потужності витрачається на теплообмін шляхом теплопровідності і випромінювання електронів із зони нагріву. Емісія електронів із зони нагріву залежить як від матеріалу мішені, так і від параметрів первинного електронного променя. Частка енергії, що розсіюється вторинними електронами, у середньому становить 30 %.

3.1.2. Облаштування пристроїв для термічного розпилення на установці ВУП-5М

Пристрій для термічного випаровування з резистивних випарників. Цей пристрій складається з цілого ряду розрізнених елементів, пов'язаних між собою електричним чином.

Клеми "1", "2А", "2Б" для установки випарників (магазин випарників) встановлені в основі РО (див. рис. 3).

Трансформатори накалу для живлення випарників розташовані у правій частині стійки знизу.

Кнопка і сигнальна лампочка включення і відключення випарників "ВКЛ", кнопки "ИСПАРИТЕЛЬ" і ручки регулювання потужності випарників "МОЩНОСТЬ 1, 2" розташовані на пульті управління у зоні "РЕЖИМ".

У магазині випарників передбачено три установочні місця для випарників резистивного типу: кошики, спіральки і випарники дифузійного типу.

Кожне установче місце відокремлено легкознімними захисними екранами з відкидними заслінками (див. рис. 3). Заслінки приводяться в дію за допомогою пристосування на дугоподібній рейці, яка входить у зачеплення із зубчастим колесом, жорстко насадженим на вал вакуумного вводу обертання.

Обертання вводу дає можливість по черзі відкривати і закривати заслінки випарників. Функціонально захисні екрани випарників служать

для запобігання паразитного запилення одного випарника іншим, а також одночасно служать тепловими екранами. Випарники "1" та "2А", "2Б" мають незалежні джерела живлення.

Для включення випарника "1" або пристрою для випаровування вугілля необхідно натиснути кнопки пульта управління "1" ("ИСПАРИТЕЛИ") і "ВКЛ" і регулятором "МОЩНОСТЬ" 1 отримати потрібний режим випаровування.

Для включення випарника "2А" (або "2Б") необхідно натиснути кнопки пульта управління "2А" (або "2Б") і "ВКЛ" і регулятором "МОЩНОСТЬ 2" отримати потрібний режим випаровування.

Відключення випарників проводити в зворотному порядку.

Пристрій для випаровування вугілля показано на рис. 15. Кронштейни 1 та 2 шарнірно з'єднані між собою ізолюючим агатовим накопичником. Кронштейн 1 кріпиться на спеціальній заземленій стійці РО (див. рис. 3), а кронштейн 2 з'єднується дротом 4 з ізолюваною клемою випарника "1". Вугілля закріплюють гвинтами, екран 6 захищає внутрішній об'єм від запилення. Вантаж збільшує контакт між вугіллям і одночасно закріплює дріт 4. Включення і робота пристрою аналогічні включенню і роботі пристрою з резистивними випарниками (див. вище).

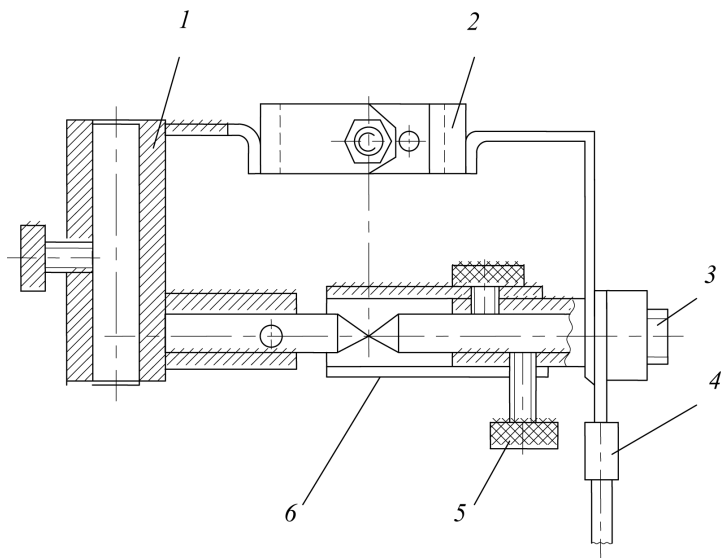


Рис. 15. Пристрій для випаровування вугілля:
1, 2 – кронштейн; 3 – втулка (вантаж); 4 – дріт; 5 – гвинт; 6 – екран

Електронний випарник зображений на рис. 16. Він застосовується для випаровування сипучих речовин з тиглів, а також у тих випадках, коли необхідно випаровувати велику кількість речовини.

Випарник встановлюється на заземлену стійку основи РО (див. рис. 3) та кріпиться цанговим затиском за спеціальний куточок. На тиглі 8 і 12 подається висока напруга від високовольтного випрямляча через роз'єми Х36 та дрiт.

Спіраль 12 підключається дротом до клем випарників "2А" або "2Б".

В корпусі 1, ізолюваному від корпусу 5 ізолятором 3, установлений тигель 12, який встановлюється при випаровуванні речовини у великій кількості або сипучих речовин.

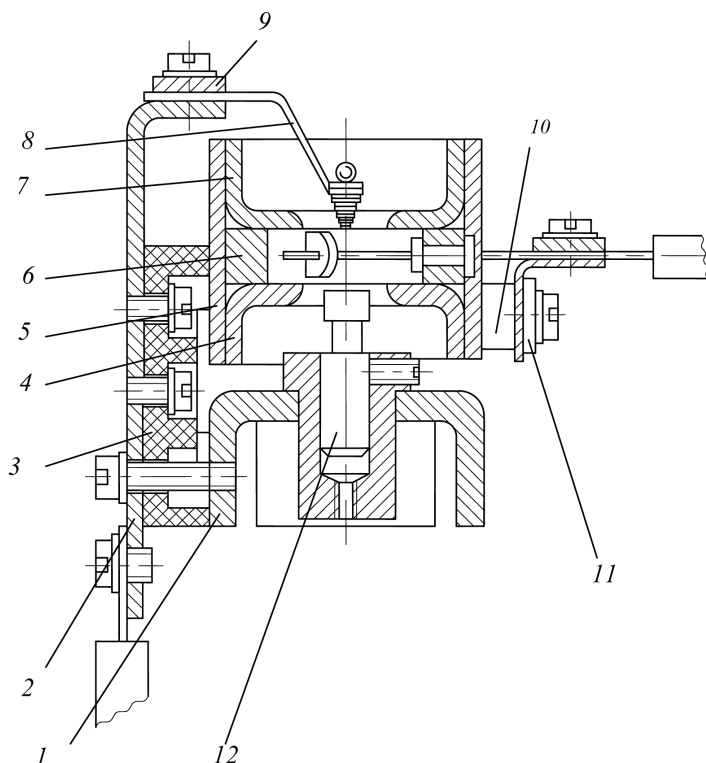


Рис. 16. Конструкція електронного випарника:

1 – корпус; 2 – кронштейн; 3, 10 – ізолятор; 4, 12 – тигель; 5 – корпус;
6 – блок нагону; 7 – екран; 8 – тигель; 9, 11 – зажим

При роботі електронного випарника встановлюється один з тиглів 8 або 12. Екран 7 фокусує електронний потік.

Для включення електронного випарника необхідно встановити випарник у робочому об'ємі згідно з описом і підключити провід до гнізда Х36, дріт від катоду – на клема випарників "2А" або "2Б".

Включити відповідні кнопки "ПЕ1" або "ПЕ2" пульта управління "ВКЛ" (ИСПАРИТЕЛЬ) і регуляторами "МОЩНОСТЬ 1" і "МОЩНОСТЬ 2" отримати потрібний режим випаровування речовини. "МОЩНОСТЬ 1" – регулятор високої напруги, а "МОЩНОСТЬ 2" – регулятор напруги катоду.

3.2. Установки, прилади та матеріали

Для виконання лабораторної роботи № 3 використовується:

установка вакуумний універсальний пост ВУП-5М; пристрій для термічного випаровування з резистивних випарників; пристрій для випаровування вугілля; електронний випарник.

Матеріали для розпилення й одержання покриттів, спеціальні підкладки.

Пристрої для маніпуляцій з підкладками.

3.3. Порядок виконання роботи

До виконання лабораторної роботи № 3 допускаються тільки особи, які виконали роботи № 1 і № 2.

1. Розглянути теоретичні відомості про основні методи термічного розпилення.

2. Ознайомитися з будовою та принципом роботи пристроїв для термічного розпилення.

3. Підготувати установку ВУП-5М до роботи, як описано в п. 1.3.

4. Підготувати до роботи обраний пристрій.

5. Здійснити напilenня покриття за призначеною методикою.

Зауваження. Практична робота на установці ВУП-5М та окремих пристроях, вмикання і вимикання проводяться в повній відповідності до технічного опису й інструкції по експлуатації та виконанням правил техніки безпеки при обов'язковій присутності оператора.

3.4. Порядок оформлення звіту

1. Коротко описати будову, технічні можливості та призначення пристроїв для термічного розпилення на установці ВУП-5М.
2. Описати процес виходу пристроїв на стан роботи (порядок включення і виключення пристрою).
3. Описати основні контрольні прилади та органи керування, які використовуються під час роботи з відповідними пристроями.
4. Провести напilenня покриття за вказаною методикою.

3.5. Контрольні питання

1. Проаналізуйте основні методи термічного розпилення.
2. Охарактеризуйте технічні можливості методу термічного напilenня плівок.
3. Назвіть основні переваги та недоліки методу резистивного розпилення.
4. Дайте характеристику методу електронно-променевого розпилювання.
5. Опишіть облаштування і принцип роботи типової електронної гармати.

Лабораторна робота № 4.
УЛЬТРАЗВУКОВА ОБРОБКА

Мета роботи: ознайомлення з технологічними можливостями ультразвукової обробки; дослідження впливу основних параметрів ультразвукової обробки на стан поверхні матеріалів; ознайомлення з облаштуванням ультразвукового обладнання на прикладі установки УЗДН-А; набуття практичних навичок щодо експлуатації установки УЗДН-А.

4.1. Теоретичні відомості

Ультразвукова обробка (УО) – дія ультразвуку (зазвичай з частотою 15...50 кгц) на речовину у технологічних процесах. Для УО застосовують технологічні апарати з електроакустичними випромінювачами. Основний елемент випромінювача – електроакустичний перетворювач (магнітострикційний чи п'єзоелектричний) – з'єднаний з пристроєм, який здійснює передачу акустичної енергії від перетворювача у середовище, що обробляється, а також створює задані технічними умовами розміри випромінюючої поверхні та інтенсивність ультразвукового поля. Як передавальний пристрій використовують, як правило, акустичні хвилепровідні концентратори, які розширюються (при УО рідин) або звужуються (при УО твердих речовин) резонансні (налаштовані на певну частоту) або нерезонансні пластини.

Крім цього, передаваче пристосування одночасно може виконувати функції інструмента (наприклад при паянні, свердленні, різанні).

Ультразвукова обробка твердих речовин використовується в основному для зварювання металів, пластмас і синтетичних тканин, при різанні металів, скла, кераміки, алмазу та інших матеріалів, також при обробці металів тиском (волочіння, штампування, пресування та ін.).

Різання за допомогою ультразвуку забезпечує високу точність, інтенсифікує обробку, поліпшує подрібнення стружки. При обробці металів тиском ультразвукові коливання покращують умови деформування та зменшують робоче зусилля. Ультразвукова поверхнева обробка деталей машин підвищує їх поверхневу твердість та зносостійкість, зменшує шорсткість поверхні. В усіх названих процесах ультразвук підводять за допомогою хвильового концентратора до інструменту або робочого органу відповідного верстата (наприклад, до свердла, різця, прокатного валка, фільтера, штампу).

Ультразвукова обробка в рідині ґрунтується головним чином на виникаючому при цьому явищі кавітації. Деякі ефекти кавітації (гідравлічні удари при схлопуванні пузирчиків та мікропотоки) використовуються при паянні, диспергуванні, очищенні поверхні деталей від забруднень та ін. Інші ефекти (підвищення температури газів та їх іонізація в середині кавітаційного пузирчика) обумовлюють процеси ініціації та прискорення хімічних реакцій. Іноді для інтенсифікації ультразвукову обробку в рідині проводять при підвищеному тиску.

При паянні чи луженні металів (таких, як алюміній, титан, молібден) ультразвук сприяє руйнуванню оксидних плівок на поверхні виробів та полегшує перебіг процесу пайки. З використанням ультразвуку можна здійснювати паяння кераміки, скла та інших неметалевих матеріалів. При цьому ультразвук підводять хвилепровідним концентратором до припою, який знаходиться у ванні або нанесений на поверхню виробу.

Чищення поверхні виробів за допомогою ультразвуку від пилу, нагару, жирових та інших забруднень забезпечує більш високу якість по зрівнянню з іншими способами очищення. Деякі вироби, які мають складну форму і важкодоступні місця, можна очистити тільки за допомогою ультразвуку. Очищення зазвичай здійснюють у ваннах з вбудованими акустичними випромінювачами; у робочу рідину додають поверхнево-активні речовини. Для зняття завусенців у рідину вводять абразивні частки, які у декілька разів прискорюють обробку.

Дегазацію рідин та розплавів проводять при малій (нижче порога кавітації) інтенсивності ультразвуку. Дрібні газові пузирчики, які знаходяться в рідині, під впливом ультразвуку наближаються один до одного, коагулюють та спливають на поверхню. Ультразвукову дегазацію застосовують для обробки розплавів оптичного скла, алюмінієвих сплавів та інших рідин. Ультразвукову обробку використовують при збагаченні металевих руд для інтенсифікації метода флотації – газові пузирчики при цьому осідають на поверхні часток мінералів та спливають на поверхню разом з ними.

Ультразвукова обробка сприяє процесу кристалізації розплавів металів та сплавів при отриманні виливок, що в значній мірі поліпшує їх структуру та механічні властивості.

Методами ультразвукової обробки набагато легше отримувати суспензії, емульсії та аерозолі.

Ультразвукова обробка розчинів полімерів призводить до їх деполімеризації. Це явище використовують, наприклад, при синтезі різноманіт-

них блок- і сополімерів, для одержання з природних полімерів цінних низькомолекулярних речовин.

Ультразвукова обробка прискорює деякі масообмінні процеси – розчинення, екстрагування, просочення пористих тіл та ін., перебіг яких обмежений швидкістю дифузії.

Ультразвукова обробка газів сприяє коагуляції аерозолів та пилу. Це застосовується, наприклад, в акустичному пиловловлювачі. Ультразвук інтенсифікує процес сушіння поруватих тіл.

Ультразвукова обробка взагалі є одним з найбільш поширених розділів електрофізичних та електрохімічних методів обробки. Подальший розвиток УО пов'язаний з подальшим збільшенням потужності та робочих об'ємів ультразвукових апаратів, а також з подальшим дослідженням фізичних та фізико-хімічних процесів, які протікають під дією ультразвуку. Практичне використання УО постійно дедалі розширюється у машинобудуванні, харчовій і фармацевтичній промисловості та інших галузях, що обумовлено значною економічною ефективністю її впровадження.

4.2. Диспергатор ультразвуковий УЗДН-А

4.2.1. Призначення

Диспергатор призначений для препарування об'єктів з волокнистих, кристалічних, порошкоподібних інших речовин при електронно-мікроскопічних дослідженнях у біології, хімії, медицині, мінералогії, металознавстві та інших галузях науки.

Крім основного призначення диспергатор може бути використаний для отримання суспензій та емульсій з різних речовин, відмивання дрібних деталей від механічних забруднень, експериментальних робіт з вивчення впливу ультразвуку на різні процеси.

Диспергатор призначений для роботи у лабораторних умовах при температурі навколишнього повітря 23 ± 5 °С, відносної вологості до 80 %.

4.2.2. Технічна характеристика диспергатора ультразвукового УЗДН-А

Робоча частота генератора та випромінювача, кГц	$22 \pm 1,65$
Максимальна вихідна електрична потужність блоку живлення на еквіваленті навантаження, Вт, не більше	130

Подвійна амплітуда коливання робочого торця випромінювача з конічною насадкою на повітрі, мкм, не менше	20
Автоматична витримка тривалості диспергування, с (хв) від 1 до 99	
Час безперервної роботи диспергатора при максимальній інтенсивності, хв, не більше	20
Номинальна споживча електрична потужність, Вт, не більше.....	300
Напруга живлення від мережі змінного струму частотою 50 (60) Гц, В	220 ± 22 ($110/115 \pm 12$)
Габаритні розміри диспергатора (із закритою дверцями шумозахисної камери), мм, не більше	$295 \times 290 \times 550$
Маса, кг, не більше	40

4.2.3. Будова і робота диспергатора

Електричні коливання частотою 22 кГц, що генеруються транзисторним генератором блоку живлення, перетворюються п'єзострикційним перетворювачем випромінювача в механічні пружні коливання відповідної частоти, які впливають на дисперговану речовину.

Диспергатор виконаний у вигляді настільної установки і конструктивно являє собою стійку, в якій розміщений блок живлення та шумозахисна камера, стінки і дверцята якої армовані звукоізоляційним матеріалом. На вертикальній стінці всередині камери закріплений штатив для установки та переміщення робочого випромінювача.

Концентратор випромінювача має вихід під різьблення, що дозволяє встановлювати на нього робочі насадки різної конструкції, якими комплектується диспергатор, забезпечуючи його широке використання.

Диспергатор оснащений таймерним пристроєм з автоматичною витримкою часу диспергування.

4.2.4. Порядок роботи на ультразвуковому диспергаторі УЗДН-А

1. Налаштування генератора на резонансну частоту випромінювача. Ефективна робота диспергатора забезпечується при налаштованому в резонанс з випромінювачем генератором.

Для налаштування частоти генератора на резонансну частоту випромінювача необхідно:

занурити конічну насадку або, у разі використання трубчастої насадки, налити в неї рідину, яка буде диспергуватися, наприклад воду;

натиснути кнопку СЕТЬ, при цьому повинні засвітитися цифри на індикаторі таймера та світлодіод над кнопкою S;

натиснути кнопку СБРОС таймера, при цьому на цифровому індикаторі повинні засвітитися нулі;

натиснути кнопку ВКЛ короткочасно, при цьому над кнопкою повинен засвітитися світлодіод і таймер почне працювати в режимі індикатора часу;

встановити ручку ІНТЕНСИВНОСТЬ у праве крайнє положення (максимум потужності).

Налаштування генератора на резонансну частоту випромінювача робити ручкою СИНХРОНИЗАЦІЯ із захопленням частоти, що дає резонанс з випромінювачем, а також по максимуму кавітаційного шуму на слух або візуально за максимальною величиною фонтану рідини.

При зміні інтенсивності випромінювання (положення ручки ІНТЕНСИВНОСТЬ) у межах від мінімального до максимального значення рекомендується ручкою СИНХРОНИЗАЦІЯ робити підстроювання генератора на резонансну частоту випромінювача для кожного значення встановленої інтенсивності.

Після закінчення налаштування кнопкою ОТКЛ відключити підсилювач потужності, а кнопкою СБРОС скинути показання цифрового індикатора таймера.

При тривалій (до 20 хв) роботі диспергатора, коли можливий вплив дестабілізуючих факторів, наприклад, від підвищення температури випромінювача в результаті електричних втрат в п'єзоелектричних елементах, зміни навантаження на насадку випромінювача в залежності від її положення в диспергованій речовині, рекомендується ручку СИНХРОНИЗАЦІЯ при налаштуванні встановлювати приблизно в середнє положення між межами зриву роботи випромінювача або ближче до її лівої межі. Це дозволяє підтримувати встановлену інтенсивність випромінювання постійно незалежно від дестабілізуючих факторів.

Ефективність роботи системи в режимі СИНХРОНИЗАЦІЯ забезпечується при положенні ручки ІНТЕНСИВНОСТЬ по відносній шкалі від шести і вище. При менших значеннях інтенсивності синхронізація частоти генератора може мати більш вузький діапазон налаштування.

2. Робота диспергатора з таймером у режимі індикатора часу.

Для включення диспергатора з таймером у режимі індикатора часу необхідно:

провести налаштування генератора на резонансну частоту випромінювача за вищеописаною методикою;

встановити експозицію диспергування в секундах або хвилинах короткочасним натисканням кнопки відповідно *S* або *min*, при цьому над відповідною кнопкою повинен засвітитися світлодіод;

натиснути кнопку ВКЛ короткочасно, при цьому над кнопкою повинен засвітитися світлодіод, а на цифровому індикаторі таймера почнеться відлік часу диспергування;

встановити ручкою ІНТЕНСИВНОСТЬ бажаний рівень інтенсивності.

По закінченню диспергування кнопкою ОТКЛ відключити підсилювач потужності. При цьому інформація про тривалість диспергування на цифровому індикаторі зберігається. При повторному натисканні кнопки ВКЛ процес диспергування та відлік часу будуть продовжені. У випадку, якщо повторний відлік часу диспергування бажано робити з нуля, то досить кнопкою СБРОС скинути показники цифрового індикатора, встановивши таймер у початковий стан.

3. Робота диспергатора з таймером у режимі обмеження часу.

Для включення диспергатора з таймером у режимі обмеження часу необхідно:

провести налаштування генератора на резонансну частоту випромінювача за вищеописаною методикою;

встановити короткочасним натисканням кнопки *S* або *min* експозицію диспергування відповідно в секундах або хвилинах;

встановити кнопкою ВРЕМЯ (при цьому над кнопкою повинен засвітитися світлодіод) по цифровому індикатору таймера необхідний час диспергування, причому при утриманні кнопки в натиснутому стані через 2 с починається прискорений набір з частотою 2 Гц, а при короткочасному натисканні кнопки показання індикатора збільшуються на одиницю;

включити короткочасним натисканням кнопки ВКЛ, при цьому встановлене на цифровому індикаторі час почне відраховуватися до нуля.

По закінченню встановленого терміну (заданого часу) диспергування, тобто встановлення на цифровому індикаторі нулів, таймер відключає підсилювач потужності і диспергування припиняється.

Для припинення диспергування раніше встановленого часу необхідно натиснути кнопку ОТКЛ, відключивши живлення підсилювача потужності, при цьому покази цифрових індикаторів зберігаються, а при повторному натисканні кнопки ВКЛ зворотний відлік часу продовжується.

4. У всіх режимах диспергування при положенні ручки ІНТЕНСИВНОСТЬ в правому крайньому положенні (максимальна інтенсивність) – час безперервної роботи диспергатора не повинен перевищувати 20 хв з наступною перервою в роботі не менше 30 хв. При великих значеннях часу безперервної роботи у максимальному режимі в результаті перегріву випромінювача можливий відхід генератора з режиму синхронізації. Працездатність випромінювача відновлюється після його охолодження.

При значеннях потужності менше максимальної тривалість безперервної роботи може бути збільшена до перегріву випромінювача. Ознакою перегріву є зменшення частоти (припинення роботи).

Для зменшення часу охолодження рекомендується відкрити дверцята шумозахисного кожуха.

4.2.5. Диспергування та нанесення речовини на плівку-підкладку

Диспергатор дозволяє диспергувати та наносити на плівку-підкладку електронного мікроскопа порошкоподібні, кристалічні, волокнисті та інші речовини попередньо (при необхідності) подрібнені.

Наявність у комплекті диспергатора двох видів робочих насадок до випромінювача, конічної та трубчатої, забезпечує його широке застосування. Так, випромінювач з конічною насадкою безпосередньо вводиться своєю робочою частиною – п'ятаком – у дисперговану середу, а з трубчатою насадкою може бути використаний або для безпосереднього диспергування в ній, або для розміщення в ній пробірки з речовиною, яка диспергується.

Для диспергування необхідно:

в робочу пробірку або інший хімічний посуд діаметром не більше 50 мм або безпосередньо в трубчасту насадку налити від 5 до 50 см³ рідини, що добре змочує препаровану речовину (рис. 17);

в рідину насипати відповідну кількість досліджуваної речовини, попередньо (при необхідності) подрібнивши його механічним способом;

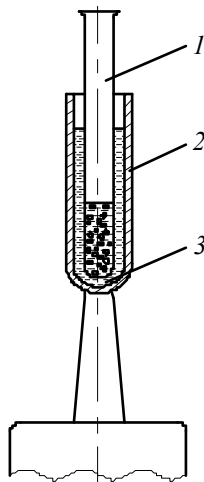


Рис. 17. Схема УО з використанням трубчатої насадки

в пробірку з приготовленою сумішшю ввести конічну насадку з п'ятаком (рис. 18);

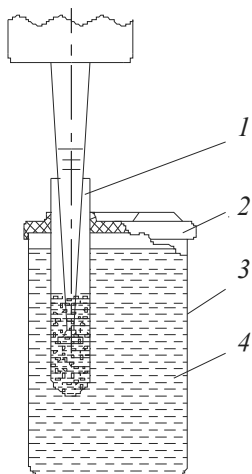


Рис. 18. Схема УО з використанням конічної насадки

Конструкція випромінювача з конічною насадкою дозволяє охолоджувати середовище, що опромінюється в процесі диспергування (див. рис. 18), якщо це необхідно за умовою експерименту. Для цього пробірку з речовиною, що диспергується 1, вміщують через один з отворів кришки 2 (наявність декількох отворів у кришці дозволяє встановлювати через них пробірки з різними діаметрами) в посудину 3 з посадковим розміром під кришку до 77 мм, яка заповнена будь-яким холодоагентом 4 (водою, льодом та ін.).

Для короткочасного (декілька секунд) опромінення диспергованої речовини включення і виключення підсилювача потужності зручніше проводити в режимі індикації часу відповідно кнопками ВКЛ і ОТКЛ при налаштованому в резонанс генераторі.

Диспергатор дозволяє наносити на плівку-підкладку електронного мікроскопа продисперговану суспензію досліджуваної речовини (рис. 19).

Для цього необхідно:

закріпити у штативі випромінювач з конічною насадкою, встановленою п'ятаком догори;

включити диспергатор, провести його налаштування і диспергування відповідно до методики, викладеної в розділі 4.2.3.

Час та інтенсивність опромінення встановлюються дослідником у кожному конкретному випадку експериментально.

Оскільки в процесі роботи, особливо при високій інтенсивності випромінювання, відбувається ерозія матеріалу робочої частини насадки, то при необхідності суворого дотримання гігієни препарування, диспергування об'єкта можна проводити за допомогою трубчастої насадки в пробірці (див. рис. 17). Для забезпечення акустичного контакту між пробіркою з диспергованою речовиною 1 і насадкою 2 в останню наливається до 0,25 об'єму рідини (води) 3, в яку і занурюється пробірка.

налаштувати генератор на резонансну частоту випромінювача;
подаючи на п'ятак насадки 4 приготовлену суспензію краплями 3, наприклад піпеткою 2, підібрати оптимальний режим розпилювання (регулюючи інтенсивність випромінювання) та в зоні розпилення вибрати точку з бажаною густиною туману, куди і помістити плівку-підкладку.

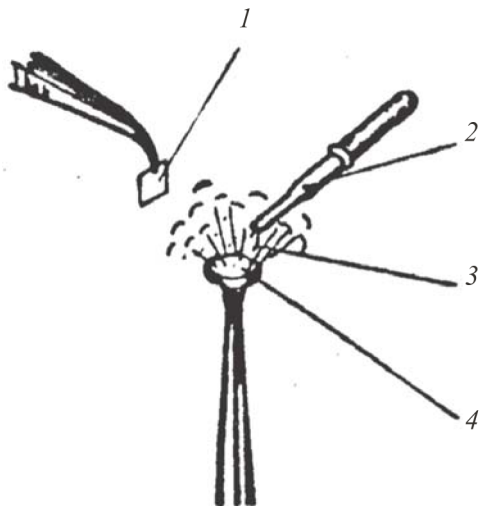


Рис.19. Схема диспергування

4.3. Установки, прилади та матеріали

Для виконання лабораторної роботи № 4 використовуються:

- установка диспергатор УЗДН-А,
- трубчаті насадки і хвилепроводи,
- матеріали для розпилення, або диспергування,
- спеціальні підкладки.

4.4. Порядок виконання роботи

1. Розглянути теоретичні відомості про основні методи ультразвукової обробки.
2. Ознайомитися з будовою та принципом роботи диспергатора УЗДН-А.
3. Підготувати диспергатор УЗДН-А до роботи, як описано в п. 4.2.3.

4. Підготувати до роботи обраний пристрій.
5. Здійснити ультразвукову обробку за призначеною методикою.

Зауваження. Практична робота на диспергаторі УЗДН-А та окремих пристроях, вмикання і вимикання проводяться в повній відповідності до технічного опису й інструкції по експлуатації та виконанням правил техніки безпеки при обов'язковій присутності оператора.

4.5. Порядок оформлення звіту

1. Коротко описати будову, технічні можливості та призначення диспергатора УЗДН-А.
2. Коротко описати порядок роботи на диспергаторі УЗДН-А.
3. Описати основні контрольні прилади та органи керування, які використовуються під час роботи на диспергаторі УЗДН-А.
4. Описати порядок ультразвукової обробки в рідині.

4.6. Контрольні питання

1. Проаналізуйте основні методи ультразвукової обробки.
2. Охарактеризуйте технічні можливості ультразвукової обробки.
3. Назвіть основні переваги та недоліки методу УО.
4. Дайте характеристику методу очищення за допомогою УО.
5. Опишіть облаштування і принцип роботи диспергатора УЗДН-ЗА.

ЗМІСТ

<i>Лабораторна робота № 1. Будова та робота вакуумного універсального посту ВУП-5М</i>	<i>3</i>
<i>Лабораторна робота № 2. Іонно-плазмова обробка поверхні</i>	<i>10</i>
<i>Лабораторна робота № 3. Методи термічного розпилення</i>	<i>21</i>
<i>Лабораторна робота № 4. Ультразвукова обробка</i>	<i>31</i>